

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM  
21. FEBRUAR 1957

DEUTSCHES PATENTAMT

# PATENTSCHRIFT

Nr. 958 558

KLASSE 12 o GRUPPE 22

INTERNAT. KLASSE C 07 c ———

*F 12191 IV b / 120*

---

Dr. Heinz Wollthan, Webster Groves, Mo. (V. St. A.)  
ist als Erfinder genannt worden

---

Farbenfabriken Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen-Bayerwerk

---

## Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten

Zusatz zum Patent 952 086

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 27. Juni 1953 an

Das Hauptpatent hat angefangen am 8. Mai 1953

Patentanmeldung bekanntgemacht am 14. Juni 1956

Patenterteilung bekanntgemacht am 31. Januar 1957

---

Gegenstand des Patents 952 086 ist ein Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten aus primären Aminen bzw. deren Salzen und Phosgen, das darin besteht, die Reaktionspartner nach erfolgter Vorphosgenierung zur Heiphosgenierung in Gegenwart eines Lsungs- bzw. Verdnnungsmittels von unten her durch aufrecht stehende beheizte Trme zu leiten. Unter »Vorphosgenierung« wird die erste Stufe des Phosgenierungsverfahrens verstanden (vgl. W. Siefken, Liebigs Annalen der Chemie, Bd. 562 [1949], S. 96), in der das als Ausgangsmaterial dienende Amin mit Phosgen in Gegenwart eines inerten Lsungsmittels zu Carbaminsurechlorid und Chlorhydrat reagiert. Nach dem Verfahren des Hauptpatents 952 086 wird das Reaktionsgemisch nach dem Passieren des Reaktionsturmes gegebenenfalls zur Vervollstndigung der Reaktion unter Zusatz von weiterem Phosgen in einen zweiten nachgeschalteten Reaktionsturm eingefhrt. Ferner wird ein Teil des Lsungsmittels im Kreislauf gefhrt, indem das aus den Reaktionstrmen mit den Abgasen entweichende gasfrmige Lsungsmittel gemeinsam mit geringen Mengen des gebildeten Isocyanates in geeigneten Khlern kondensiert und das Kondensat den Trmen unten wieder zugefhrt wird.

Bei weiterer Bearbeitung des dem Hauptpatent zugrunde liegenden Erfindungsgedankens wurde nunmehr gefunden, da man verschiedene Vorteile erzielen kann, wenn man das aus den Khlern flieende Kondensat nicht dem unteren Ende der Reaktionstrme, sondern der vorhin definierten Vorphosgenierung zufhrt.

Durch diese Manahme, die den Gegenstand der vorliegenden Erfindung bildet, erreicht man einmal eine Verdnnung des Reaktionsproduktes der Vorphosgenierung und andererseits eine wesentliche Erhhung der Ausbeute an Endprodukt.

Die Verdnnung des Reaktionsproduktes der Vorphosgenierung bringt den Vorteil mit sich, da man an Stelle eines Breies eine sehr dnnflssige Suspension verarbeiten kann, die leicht rhrbar und pumpfhig ist und mittels der blichen Mevorrichtungen gemessen werden kann. Die Erhhung der Ausbeute ist in wirtschaftlicher Hinsicht erwnscht und absolut berraschend, da das gem der Erfindung in die Vorphosgenierung gelangende Kondensat bestimmte Mengen an Isocyanat enthlt, die abhngig sind vom Siedepunkt des betreffenden Isocyanates. Von diesen war zu befrchten, da sie mit dem Ausgangsmaterial Nebenprodukte bilden, was gleichbedeutend ist mit einem Ausbeuteverlust. Zugunsten des neuen Verfahrens spricht auch die

Tatsache, da es eine Erhhung der Reaktionsgeschwindigkeit ermglicht, da in der Zeiteinheit grere Substanzmengen durchgesetzt werden knnen.

Schlielich tritt noch insofern ein weiterer erwnschter Effekt ein, als das Kondensat in Abhngigkeit von seiner Temperatur Phosgen aus den Abgasen der Reaktionstrme herauslst und der Vorphosgenierung wieder zufhrt. Damit knnen betrchtliche Mengen Phosgen auf einfache und billige Weise zurckgewonnen und wieder zum Einsatz gebracht werden. Die Kondensatmengen knnen z. B. durch strkere oder schwchere Heizung der Reaktionstrme variiert werden.

#### Beispiel

In dem Vorphosgenierkessel 1<sub>a</sub> (s. Zeichnung) wird bei 0° ein Gemisch aus 73,5 kg Toluylendiamin, 160 kg Phosgen und 260 kg o-Dichlorbenzol stndlich hergestellt und mit der Pumpe 1<sub>b</sub> ber den Vorwrmer 1<sub>c</sub> dem Reaktionsturm 2 zugefhrt. Im Vorwrmer wird das Gemisch auf etwa 30° erwrmt. Der Reaktionsturm wird so beheizt, da das Gemisch den Turm mit etwa 160° verlt. Von hier aus luft das Reaktionsgemisch durch den Turm 3, den es mit etwa 175° verlt. In diesem Turm wird die Reaktion durch Einleiten von 30 kg gasfrmigem Phosgen pro Stunde zu Ende gefhrt. Der whrend der Reaktion entstehende Chlorwasserstoff sowie das verdampfende berschssige Phosgen nehmen etwa 1200 kg o-Dichlorbenzol und eine bestimmte Menge des gebildeten Diisocyanates mit, die in den Khlern 4 und 5 kondensiert und ber einen mit Sole betriebenen Khler 6 in den Vorphosgenierer zurckgefhrt werden. Der Anteil des Diisocyanates in o-Dichlorbenzol betrgt bei diesen Bedingungen etwa 2%, d. h. es werden 24 kg Diisocyanat im Kreislauf gefahren. Die am oberen Ende des Turmes 3 austretende Reaktionslsung wird nach der Entfernung des restlichen Phosgens durch Ausblasen mit Stickstoff destillativ aufgearbeitet. Die Ausbeute an Toluylendiisocyanat betrgt etwa 90% der Theorie.

#### PATENTANSPRUCH:

Abnderung des Verfahrens zur Herstellung von Isocyanaten aus primren Aminen bzw. deren Salzen und Phosgen gem Patent 952 086, dadurch gekennzeichnet, da das im Kreislauf gefhrt Lsungsmittel nicht den unteren Enden der Reaktionstrme, sondern der Vorphosgenierung zugeleitet wird.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

